

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

PATENTSCHRIFT



(12) Ausschließungspatent

(11) **DD 292 248 A5**

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27.10.1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) C 07 C 337/06

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	DD C 07 C / 314 249 8	(22)	31.03.88	(44)	25.07.91
(71)	siehe (73)				
(72)	Thiel, Wilfried, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Jauer, Ernst-Adolf, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Dost, Hermann, Dipl.-Chem., DE				
(73)	Chemie AG Bitterfeld – Wolfen, O - 4400 Bitterfeld, DE				
(74)	siehe (73)				
(54)	Verfahren zur Herstellung von Thiooxamoylsemicarbaziden				

(55) Herstellungsverfahren; Zwischenprodukte; Thiooxamoylsemicarbazid; 1,1-Dithiooxalsäureesteramide

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Thiooxamoylsemicarbaziden, die neue Zwischenprodukte darstellen und ein potentiell Interesse auf Pflanzenschutz- und Pharmagebiet besitzen. Wesentliches Merkmal der Erfindung ist die Umsetzung von Semicarbazid mit 1,1-Dithiooxalesteramiden in alkoholischer Lösung. Semicarbazid kann dabei durch eine Mischung seiner Salze mit Basen ersetzt werden.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung von Thiooxamoylsemicarbaziden der Formel



in der R^1, R^2 gleich oder verschieden sind und H, Alkyl, Aryl, Aralkyl bedeuten, **gekennzeichnet dadurch**, daß 1,1-Dithiooxalesteramide der Formel



in der $R = \text{Alkyl, Aralkyl, } CH_2COOH$ bedeuten und R^1, R^2 obige Bedeutung haben, mit Semicarbazid umgesetzt werden.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Thiooxamoylsemicarbaziden, die neue organische Zwischenprodukte darstellen und ggf. auch für weitere Einsatzgebiete wie Pflanzenschutz oder Pharmazie von Interesse sind.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Semicarbazid gehört in der organischen Chemie zu den häufig verwendeten Verbindungen, so daß eine Vielzahl von Derivaten bekannt ist. Trotzdem sind Thiooxamoylsemicarbazide bisher unbekannt geblieben.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Thiooxamoylsemicarbaziden.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist die Derivatisierung von Semicarbazid zu den Zielprodukten der Erfindung d. s. Thiooxamoylsemicarbazide.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß 1,1-Dithiooxalsäureesteramide der Formel



in der $R = \text{Alkyl, Aralkyl oder } CH_2-COOH$ und R^1, R^2 , die gleich oder verschieden sein können, Wasserstoff, Alkyl, Aralkyl oder Aryl bedeuten, mit einer alkoholischen Lösung von Semicarbazid oder einem Salz des Semicarbazids und einer Base erhitzt werden. Bereits nach kurzem Erhitzen auf Siedetemperatur bilden sich dabei die gewünschten Thiooxamoylsemicarbazide der Formel



in der R, R^1, R^2 die oben genannte Bedeutung haben, in hoher Reinheit und guter Ausbeute.

Ausführungsbeispiele**Beispiel 1**

0,68 Gewichtsteile (0,005 Mol) Dithiooxalsäuremethylesteramid werden in 30 Volumenteilen Ethanol heiß gelöst, mit einer Lösung von 1,0 Gewichtsteilen (0,009 Mol) Semicarbazid · HCl und 0,9 Gewichtsteilen (0,009 Mol) Triethylamin in 15 Volumenteilen Ethanol und wenige Minuten bis zur Gelbfärbung gekocht. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wird der ausgeschiedene Niederschlag abgesaugt. Eine Komplettierung der Fällung kann durch Verdünnen mit Wasser erreicht werden. Ausbeute 70%, Schmp. 164 bis 66°C aus Ethanol.

Bei den in der folgenden Tabelle I zusammengefaßten Beispielen 2 bis 8 wurde in analoger Weise gearbeitet:

Tabelle I
Neue Thiooxamoylsemicarbazide

Anwend.- beisp.	R ¹	R ² in II	Ausb. in %	F. in °C/umkristal. aus
2	H	Ph	60	193-95/n-PrOH
3	H	p-Tolyl	55	186-88/EtOH
4	H	p-Anisidyl	60	191-93/EtOH
5	H	Cyclohexyl	60	173-75/EtOH-DMF
6	H	α -Naphthyl	70	196-98/EtOH-DMF
7	H	β -Naphthyl	70	205-07/EtOH-DMF
8	H	p-PhN ₂ -C ₆ H ₄	60	296-98/DMF